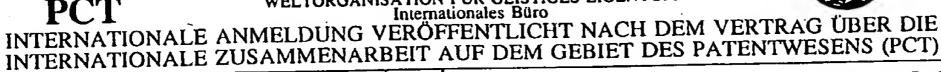
WELTORGANISATION FUR GEISTIGES EIGENTUM



(51) Internationale Patentklassifikation 7:

B05D 3/00, B05C 11/10, B05D 1/26

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/06306

A1

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:

10. Februar 2000 (10.02.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP99/05293

(22) Internationales Anmeldedatum:

23. Juli 1999 (23.07.99)

(30) Prioritätsdaten:

198 34 184.9

29. Juli 1998 (29.07.98)

DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BASF AK-TIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-67056 Ludwigshafen

(DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHROF, Wolfgang [DE/DE]; In den Schelmenäckern 38, D-67271 Neuleiningen (DE). HORN, Dieter [DE/DE]; Schröderstrasse 69, D-69120 Heidelberg (DE). SCHWALM, Reinhold [DE/DE]; Am Huttenwingert 6, D-67157 Wachenheim (DE). MEISENBURG, Uwe [DE/DE]; Kardinal-Galen-Strasse 42, D-47051 Duisburg (DE). PFAU, Andreas [DE/DE]; Neustadter Ring 42, D-67067 Ludwigshafen (DE).

ISENBRUCK, Günter; Bardehle et al., (74) Anwalt: Theodor-Heuss-Anlage 12, D-68165 Mannheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: CA, JP, KR, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

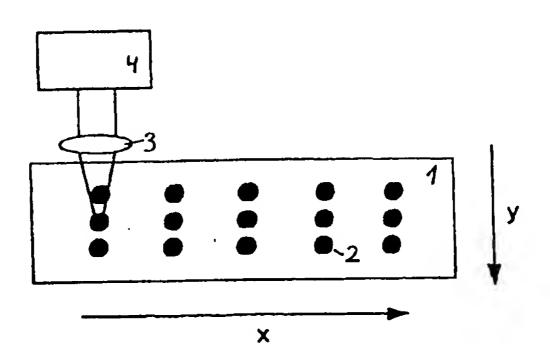
Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR OPTIMISING LACQUERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR OPTIMIERUNG VON LACKEN



(57) Abstract

The invention relates to a method and a device for optimising at least one lacquer in at least one place on the surface of a substrate to which the lacquer is applied. The method is carried out using the corresponding device and comprises at least the following steps: a) applying the at least one lacquer in at least one place on the surface of the substrate; b) curing the at least one lacquer in the at least one place on the surface of the substrate and c) determining the status of especially the curing and/or discoloration and/or lustre of the lacquer in the at least one place on the surface of the substrate following steps a) and b).

(57) Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Optimierung von mindestens einem Lack an mindestens einer Stelle einer Substratoberfläche, auf welche der Lack aufgetragen wird. Das Verfahren, das mit der entsprechenden Vorrichtung durchgeführt wird, weist dabei mindestens die folgenden Schritte auf: a) Auftragen des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche, b) Härten des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche, b) Härten des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche, den dieser als Folge der Schritte a) und b) aufweist.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	_					SI	Slowenien
Δ.	A thunian	ES	Spanien	LS	Lesotho		
	Albanien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakci
AM	Armenien	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AT	Osterreich	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Мопасо	TD	Tschad
ΑZ	Aserbaidschan		-	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien .	MG	Madagaskar	ТJ	Tadschikistan
BB	Barbados	GH	Ghana	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BE	Belgien	GN	Guinea	4784	Republik Mazedonien	TR	Türkei
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	17	Trinidad und Tobago
ВG	Bulgarien	HU	Ungam	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BR	Brasilien	IL	Israel		Malawi	US	Vereinigte Staaten von
BY	Belarus	1S	Island	MW	Mexiko	•	Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	·	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	YU	Jugoslawien
CII	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusecland	211	Zimbaowe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumanien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

-1-

5

Verfahren und Vorrichtung zur Optimierung von Lacken

10

15

20

25

30

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Optimierung von Lacken, insbesondere von strahlungshärtbaren Lacken.

Lacke, insbesondere strahlungshärtbare Lacke, weisen im allgemeinen eine sehr komplexe Zusammensetzung auf. Wesentliche Komponenten eines strahlungshärtbaren Lacks sind u. a. Reaktivverdünner, Oligomere, Präpolymere, Synergisten, Photoinitiatoren, Lichtschutzmittel, wie beispielsweise UV-Absorber oder sterisch gehinderte Amine, Pigmente, Mattierungsmittel, Fließmittel und andere Additive. Daraus resultiert eine Mannigfaltigkeit möglicher Lackzusammensetzungen. Bislang wurden die Lacke in der Praxis nach dem "trial and error"-Prinzip zusammengesetzt und mit langjähriger Erfahrung in aufwendigen, manuell auszuwertenden Testreihen optimiert. Bei dieser zeit- und kostenintensiven Vorgehensweise erhält man allerdings nur zufällige Treffer unter der Vielzahl der möglichen Lackzusammensetzungen, die eine ausreichend zufriedenstellende Qualität aufweisen, aber keine gezielt und systematisch ermittelten qualitativ hochwertigen Lacke, da eine gezielte und parallel durchgeführte Untersuchung des genannten Parameterraums wegen des viel zu großen Aufwands nicht möglich ist. Eine Vorhersage der Eigenschaften einer bestimmten Zusammensetzung für einen Lack ist nur begrenzt möglich, da sich verschiedene Komponenten wie z. B. Photoinitiatoren und UV-Schutzmittel gegenseitig auf eine nichtlineare Weise beeinflußen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Optimierung von Lacken bereitzustellen, die eine gezielte und systematische

- 2 -

Variation der wesentlichen Komponenten eines Lacks, insbesondere eines strahlungshärtbaren Lacks ermöglichen, um somit objektiv eine optimale Zusammensetzung der verschiedenen Komponenten des Lacks bestimmen zu können.

5

10

15

20

Diese Aufgabe wird durch das erfindungsgemäße Verfahren nach Anspruch 1 und den entsprechenden Vorrichtungen nach Anspruch 5, 9 und 10 und den davon abhängigen Unteransprüchen gelöst. Das erfindungsgemäße Verfahren stellt ein Verfahren zur Optimierung mindestens eines Lacks an mindestens einer Stelle einer Substratoberfläche, auf welche der Lack aufgetragen wird, dar. Erfindungsgemäß werden dabei mindestens folgende Verfahrensschritte in einer dafür vorgesehenen Vorrichtung durchgeführt:

a) Auftragen des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche.

Vorzugsweise werden gleichzeitig mehrere verschiedene Lackzusammensetzungen an verschiedenen, zusammen ein Raster bildenden Stellen der Substratoberfläche aufgetragen. Dabei werden die verschiedenen Zusammensetzungen in geeigneter Weise, zum Beispiel mit Hilfe von Dosierpipetten, Mikrorakeln oder Mikrosprühköpfen, vorzugsweise rechnergesteuert an die entsprechenden Stellen einer gewünschten Substratoberfläche, wie beispielsweise einer Holz- oder einer Metall- oder einer Papieroberfläche, aufgetragen.

25

Vorzugsweise werden die Stellen der Substratoberfläche, an denen die verschiedenen Lackzusammensetzungen jeweils aufgebracht werden, möglichst klein gewählt, um auf einer einzigen Substratoberfläche viele verschiedene Lackzusammensetzungen auftragen zu können. Vorzugsweise bilden die Stellen der Substratoberfläche, an denen die Lackzusammensetzungen aufgebracht werden, eine Art Matrix,

- 3 -

entsprechend einer Anordnung von m Reihen mit je n Spalten, wobei n und m jeweils kleiner als 1000 sind. Die Größe einer einzelnen Stelle der Substratobersläche, auf welcher eine der verschiedenen Lackzusammensetzungen aufgetragen wird, hängt hauptsächlich von der später vorzunehmenden Charakterisierung des Lacks ab. Mit gängigen Verfahren lassen sich bis zu 10000 verschiedene Lackzusammensetzungen auf 10 cm² einer Substratobersläche untersuchen.

Danach werden die Lackzusammensetzungen optional getrocknet, zum Beispiel um ein wegen der optimalen Mischung in manchen Fällen nötiges Lösungsmittel wieder verdampfen zu lassen.

b) Härten des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche.

15

20

25

30

10

5

Vorzugsweise wird der Lack, bzw. die verschiedenen Lackzusammensetzungen, die an verschiedenen, zusammen ein Raster bildenden Stellen der Substratoberfläche aufgetragen sind, strahlungsgehärtet. Bei der Strahlungshärtung, beschrieben beispielsweise in J.-P. Fouassier, Hanser Photoinitiation, Photopolymerization Photocuring, and Publishers, München, 1995, wird das Gemisch der einzelnen Komponenten einer Lackzusammensetzung durch Belichtung, vorzugsweise UV-Belichtung, in ein dreidimensionales, mechanisch stabiles Polymernetzwerk überführt. Vorteile dieser Technik liegen in der hohen Geschwindigkeit, dem niedrigen Energieverbrauch, dem Auftreten von nahezu keinen umweltschädlichen Reaktionsprodukten bei der Härtung und niedrigen Kosten. Dies wird vorzugsweise für alle entsprechenden Stellen der Substratoberfläche gleichzeitig vorgenommen, vorzugsweise durch eine großflächige Belichtung mit UV-Licht oder mit Elektronenstrahlen. Dabei entstehen dreidimensional gehärtete Lackschichten an den entsprechenden Stellen der Substratoberfläche. Die großflächige Belichtung ist sehr zeit- und energiesparend und stellt darüberhinaus die notwendige gleichmäßige Prozessierung aller Lackschichten, die auf der Substratoberfläche aufgetragen sind, dar. Vorzugsweise wird der Lack, bzw. die verschiedenen Lackzusammensetzungen, die an verschiedenen, zusammen ein Raster bildenden Stellen der Substratoberfläche aufgetragen sind, während der Härtung erwärmt. Damit kann zum einen die Reaktion, d. h. die Bildung des dreidimensionalen Netzwerks, beschleunigt werden, und zum anderen kann damit gewährleistet werden, daß die Reaktion vollständig vonstatten geht.

10

5

c) Bestimmung des Zustandes, insbesondere der Härtung und/oder der Vergilbung und/oder des Glanzes, des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche, den der Lack als Folge von Schritt a) und b) aufweist.

15

Wie oben ausgeführt können erfindungsgemäß die einzelnen, den Zustand beschreibenden Parameter, wie zum Beispiel Härtung, Vergilbung und Glanz jeweils einzeln bestimmt bzw. ausgewertet werden, oder es werden alle der Parameter bestimmt bzw. ausgewertet, wobei die Bestimmung/Auswertung aller Parameter bevorzugt ist, da sie praktisch ein vollständiges Bild über den Zustand des Lacks gibt.

25

30

Vorzugsweise erfolgt die Charakterisierung des gehärteten Lacks, bzw. der verschiedenen gehärteten Lackzusammensetzungen, die auf der Substratoberfläche aufgetragen sind, mittels eines spektroskopischen Verfahrens, das eine hohe laterale Ortsauflösung hat sowie wenn gefordert eine ausreichende Tiefenauflösung aufweist. Auf diese Weise kann sichergestellt werden, daß immer nur eine Lackzusammensetzung an einer der betreffenden Stellen der Substratoberfläche charakterisiert wird ohne irgendeine Wechselwirkung mit Lackzusammensetzungen, die an benachbarten Stellen auf der Substratoberfläche aufgetragen sind.

10

15

20

Vorzugsweise verwendet man hier die Methode der konfokalen Raman-Spektroskopie. Hierbei wird das bei der Härtung entstehende Netzwerk des Lacks anhand des Verschwindens reaktiver Gruppen nachgewiesen, d. h. der bei der Härtung stattgefundene Reaktionsumsatz wird direkt ermittelt Schrof, (W. L. Häußling, Tiefenauflösung Trocknungsvorgänge in Lackfilmen, erschienen in "Farbe und Lack", Bd. 1997, 22-27). Durch die Verwendung hochempfindlicher 103, Spektrometer, die hauptsächlich in Rückstreuung arbeiten, können hierbei die Meßzeiten bis in den Sekundenbereich verkürzt werden. Bezüglich des Standes der Technik im Bereich der Raman-Spektroskopie bzw. der konfokalen Abbildung sei verwiesen auf Schrader B., Infrared and Raman Spectroscopy, VCH, Weinheim, 1995 und Markwort L., Kip B., Da Silva E., Roussel B., Appl. Spectrosc. 49 (1995) 1411-30. Neben der konfokalen Raman-Spektroskopie kann auch die IR-Spektroskopie oder Fluoreszenzspektroskopie die verwendet werden. Fluoreszenzspektroskopische Methoden (O. Wolfbeiß, Fluorescence Spectroscopy: New Methods and Applications, Springer, Berlin, 1993) analysieren den Aufbau des infolge der Härtung entstandenen Lacknetzwerks anhand der Abnahme der lokalen Beweglichkeit bzw. der Translationsdiffusion von Fluoreszenzsonden. Alle diese optischen Methoden lassen sich mit hoher Ortsauflösung, zum Beispiel in Kombination mit geeigneten Linsen oder einem Mikroskop durchführen. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden die optischen Abbildungen anstatt mit Linsen oder Mikroskopen mit Lichtleitern (E.-G Neumann, "Single Mode Fibres", Springer, Berlin, 1988) realisiert. Die Ermittlung von Tiefenprofilen des infolge der Härtung entstandenen Netzwerks des zu charakterisierenden Lacks kann, wie bereits erwähnt, mittels der konfokalen Raman-Spektroskopie erfolgen. Damit erhält man zusätzliche Informationen zu typischen Phänomenen bei Strahlungshärtung, wie z. B. Sauerstoffinhibierung an der Substratobersläche oder unzureichende Härtung in tieserliegenden Bereichen

30

10

15

20

durch Eindringtiefeneffekte für das UV-Licht. Somit wird eine zusätzliche Auswahl geeigneter Lackzusammensetzungen möglich. Mittels des konfokalen Aufbaus, zum Beispiel mit einer konfokalen Blende im Nachweisstrahlengang, wird eine Tiefenebene bis unterhalb 1µm Dicke selektiert. Eine vorzugsweise verwendete zusätzliche automatische Fokussier-Einheit ermöglicht die Abbildung auf die Lackoberfläche. Tiefenprofile werden durch nachfolgende Messungen an relativ zur Lackoberfläche tieferen Ebenen erhalten. Dies wird vorzugsweise durch ein rechnergesteuertes Anheben des Substrats, auf dessen Oberfläche der Lack aufgetragen ist, oder durch Versenken des Fokus, z. B. über eine piezogesteuerte Optik erreicht.

In einer weiteren erfindungsgemäßen Ausführungsform wird die Härtung auch mit Hilfe von Mikrohärtemessern (H.-H. Behncke, W. Weiler, Computergesteuerte Mikrohärtemessung unter Prüfkraft, erschienen in "Materialprüfung", Bd. 7, 1988) wie z. B. einem Fischerscope oder einem Nanoindenter mechanisch bestimmt. Durch punktförmige Eindringmessungen (Bernham, R.J. Colton, Measuring the Nanomechanical Properties and Surface Forces of Materials Using an Atomic Force Microscope, J. Vac. Sci. Technol., Bd. A7, 1989, 2906) lassen sich auch mechanische Eigenschaften des entsprechenden Lacks bestimmen. Mit Hilfe von passend gewählten Verschiebetischen für die entsprechende Versuchsanordnung kann die gesamte Substratoberfläche abgerastert werden.

25

30

Die vorliegende Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zum rasterartigen Aufbringen mindestens eines Lackes auf einer Substratoberfläche, welche aufweist:

a) eine Dosiereinrichtung zur Dosierung mindestens einer, vorzugsweise aller Komponenten des mindestens einen Lacks,

10

15

25

Die Dosierung der mindestens einen, vorzugsweise aller Komponenten des mindestens einen Lacks erfolgt hierbei vorzugsweise automatisch.

b) eine Mischeinrichtung zum Vermischen der einzelnen Komponenten des mindestens einen Lacks,

Es gibt mehrere mögliche Vorgehensweisen, um eine gute Durchmischung der einzelnen Komponenten zu erreichen. Die Komponenten einer Lackzusammensetzung können in einem gemeinsamen Lösungsmittel oder in verschiedenen, miteinander verträglichen Lösungsmitteln gelöst werden und somit miteinander vermischt werden, und/oder sie können erhitzt werden, und/oder sie können mechanisch durchmischt werden, wie zum Beispiel durch Rühren oder durch Einsatz von Ultraschall. Durch eine systematische Variation der Komponenten und ihrer Konzentration in vorgebbaren Schritten wird eine Vielzahl von flüssigen, voneinander verschiedenen Lackzusammensetzungen erzeugt.

c) eine Pipettier- oder Sprüheinrichtung zum sukzessiven Auftragen des mindestens einen Lacks an gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche.

Der mindestens eine Lack, bzw. die verschiedenen Lackzusammensetzungen werden mit Hilfe von Pipettier- oder Sprüheinrichtungen auf dafür vorgesehene Stellen der Substratoberfläche aufgetragen. Vorzugsweise werden Pipettier- oder Sprühroboter eingesetzt, die eine automatische und damit zeit- und kostensparende Vorgehensweise ermöglichen.

Die lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche, die für die Applikation je einer Lackzusammensetzung vorgesehen sind, entsprechen in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung

Vertiefungen in der Substratoberfläche, die in ihrer Gesamtheit ein Raster auf der Substratoberfläche bilden. In diese Vertiefungen werden dann die entsprechenden Lackzusammensetzungen eingefüllt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird die Substratoberfläche in geeigneter Weise hydrophil bzw. hydrophob modifiziert, so daß auch hier Lackzusammensetzungen rasterförmig auf der Substratoberfläche aufgebracht werden können, ohne daß es zu unerwünschtem Vermischen unterschiedlicher Lackzusammensetzungen kommt.

10

Zur Vermeidung einer Sublimation leicht flüchtiger Komponenten wie z. B. von Reaktivverdünnern, wird das beschichtete Substrat vorzugsweise mit einer UV-durchlässigen Folie oder Schicht abgedeckt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird ebenfalls auf 15 der Substratoberfläche ein Raster von Lackzusammensetzungen aufgebracht, allerdings werden hier die einzelnen Komponenten mittels geeigneter Pipettiereinrichtungen, vorzugsweise Pipettierrobotern, oder mittels Tröpfchengeneratoren direkt auf der Substratoberfläche zusammengeführt und nicht zuerst in einem gesonderten Behältnis. Um eine gute Durchmischung der einzelnen 20 Komponenten einer Lackzusammensetzung gewährleisten zu können, werden sie immer nur teilweise, alternierend oder gleichzeitig, das heißt zum Beispiel durch Aufbringen von Pico- oder Nanolitertröpfchen, aufgebracht. Die Reduktion der Tröpschengröße auf einen Durchmesser im Mikrometerbereich bzw. auf ein Volumen im Picoliterbereich erlaubt eine gute Durchmischung bei alternierendem 25 bzw. gleichzeitigem Aufbringen. Mit diesem Verfahren umgeht man den Mischungsschritt der einzelnen Komponenten einer Lackzusammensetzung in externen Behältnissen. Die mögliche Anwendbarkeit dieser Methode hängt allerdings sehr stark von der Natur und dem Zusammenwirken der einzelnen miteinander 30 durchmischenden zu Komponenten der entsprechenden Lackzusammensetzung ab.

-9-

Weiterhin betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung zur Optimierung von mindestens einem Lack auf einer Substratoberfläche, welche zusätzlich zu der bereits beschriebenen Vorrichtung zum rasterartigen Aufbringen mindestens eines Lacks auf einer Substratoberfläche noch mindestens eine Einrichtung zur Härtung, vorzugsweise zur simultanen Härtung, insbesondere zur simultanen Strahlungshärtung des mindestens einen Lacks an den gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche und mindestens eine Einrichtung zur Bestimmung, vorzugsweise zur simultanen Bestimmung des Zustandes des mindestens einen Lacks an den gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche aufweist.

10

15

25

Zur Bestimmung des Zustandes des mindestens einen Lacks gehört in erster Linie die Bestimmung der Härtung. Bei der Strahlungshärtung einer Lackzusammensetzung wird die Härtung im wesentlichen bestimmt durch den Umsatz der reaktiven Komponenten. Dieser Umsatz kann, wie bereits erwähnt, mit Hilfe von spektroskopischen Methoden ermittelt werden. Die schwingungsspektroskopischen Verfahren, wie Raman- und IR-Spektroskopie, ermitteln direkt den Reaktionsumsatz. Vorzugsweise wird die Raman-Spektroskopie verwendet. Hierzu weist die Vorrichtung eine Einrichtung zur Einstrahlung von monochromatischem Licht an mindestens einer der gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche und der Detektion von Streulicht aus der mindestens einen der gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche auf, um so an der mindestens einen der gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche den Reaktionsumsatz infolge der Strahlungshärtung bestimmen zu können.

Eine andere Alternative bietet die Fluoreszenzspektroskopie, bei der mittels eindotierten Sonden der Aufbau des physikalischen Netzwerks bestimmt wird.

10

15

Um größere laterale Bereiche der Substratoberfläche, die rasterartig mit mindestens einer, vorzugsweise aber mehreren verschiedenen Lackzusammensetzungen belegt ist, untersuchen zu können, ist es im Rahmen der vorliegenden Erfindung femer möglich, das mit den zu untersuchenden Lackzusammensetzungen belegte Substrat automatisch mittels rechnergesteuerter Verschiebetische so zu bewegen, daß jede der gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche, die jeweils mit einer Lackzusammensetzung belegt sind, nacheinander analysiert werden kann. Dieses Verfahren erlaubt parallelisierte Messungen mit einem hohen Probendurchsatz in kurzer Zeit und ohne hohen Personalaufwand.

Zur Bestimmung des Zustandes des Lacks gehört desweiteren u. a. auch die Charakterisierung des Glanzes bzw. der Vergilbung der zu untersuchenden Lackzusammensetzungen. Analog zur Bestimmung der Härtung lassen sich auch Glanz und Vergilbung aus einer spektroskopischen Analyse reflektierten bzw. gestreuten Lichts ortsaufgelöst bestimmen.

Weitere Vorteile, Merkmale und Anwendungsmöglichkeiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines erfindungsgemäßen Versuchsaufbaus in Verbindung mit der entsprechenden Figur. Es zeigt:

Schematischer Aufbau einer erfindungsmäßigen Vorrichtung zur Optimierung von mindestens einem Lack auf einer Substratoberfläche.

25

30

In Figur 1 ist schematisch der Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung gezeigt. Auf den lokal voneinander abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen 2 auf einer Substratoberfläche 1 sind jeweils zu untersuchende Lackzusammensetzungen aufgetragen. Mittels eines spektroskopischen Verfahrens wird hier die Härtung, der Glanz und die Vergilbung der einzelnen, auf den verschiedenen Stellen 2 der Substratoberfläche 1 aufgetragenen und bereits gehärteten Lack-

10

15

zusammensetzungen bestimmt. An diesen entsprechenden Stellen wird mittels einer Abbildungs- bzw. Fokussierlinse 3 und eines Spektrometers 4, zum Beispiel eines Raman-Mikroskops, jeweils ein Spektrum aufgenommen. Anhand der so erhaltenen Spektren lassen sich sodann gezielte Aussagen über den Reaktionsumsatz an den entsprechenden Stellen der Substratoberfläche machen und somit letztlich über die Härtung, den Glanz und die Vergilbung der dort aufgetragenen, zu untersuchenden Lackzusammensetzungen. Bevorzugt wird der Reaktionsumsatz mittels einer Optik ermittelt, die es ermöglicht, den Fokus des eingeleiteten monochromatischen Lichts innerhalb der aufgetragenen Lackschicht zu verschieben, wie zum Beispiel mit der konfokalen Raman-Spektroskopie. Hierbei ist es möglich durch Hin- und Herbewegen des Senders bzw. des Mikroskopobjektivs über einen Piezo-Translatoren entlang der optischen Achse ein beliebiges Tiefensegment innerhalb der Lackschicht einzustellen. Es kann eine Genauigkeit von ca. 1 μm bis 3 μm bezüglich des eingestellten Fokus, d. h. des gewünschten Tiefensegments, erreicht werden. Die Tiefenschärfe ist durch Verwendung einer Blende oder einer Lichtleitfaser mit geeignetem Innendurchmesser einstellbar. Um die gesamte Substratoberfläche untersuchen zu können, d. h. sowohl in x-Richtung wie auch in y-Richtung, ist es möglich, das Substrat mittels eines steuerbaren Translationstisches zu bewegen.

Patentansprüche

4

10

- 1. Verfahren zur Optimierung mindestens eines Lacks an mindestens einer Stelle einer Substratoberfläche, auf welche der Lack aufgetragen wird, welches mindestens die folgenden Schritte aufweist:
 - a) Auftragen des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche,
 - b) Härten des mindestens einen Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratobersläche,

15

- c) Bestimmung des Zustandes, insbesondere der Härtung und/oder der Vergilbung und/oder des Glanzes des Lacks an der mindestens einen Stelle der Substratoberfläche, den dieser als Folge der Schritte a) und b) aufweist.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in Schritt b) das Härten ein Strahlungshärten ist.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Härtung und/oder die Vergilbung und/oder der Glanz des Lacks an der mindestens einen
 Stelle der Substratoberfläche mittels eines spektroskopischen Verfahrens, insbesondere mittels konfokaler Raman-Spektroskopie bestimmt wird.
 - 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Härtung des Lacks mittels eines mechanischen Verfahrens, insbesondere mittels Mikrohärte oder Nanoindentation bestimmt wird.

10

15

- 5. Vorrichtung zum rasterartigen Aufbringen mindestens eines Lacks auf einer Substratoberfläche, welche aufweist:
 - a) mindestens eine Dosiereinrichtung zur Dosierung mindestens einer, vorzugsweise aller Komponenten des mindestens einen Lacks,
 - b) mindestens eine Mischeinrichtung zum Vermischen der einzelnen Komponenten des mindestens einen Lacks,
 - c) mindestens eine Pipettier- oder Sprüheinrichtung zum sukzessiven Auftragen des mindestens einen Lacks an gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche.
- 6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche Vertiefungen in der Substratoberfläche sind, in welche der mindestens eine Lack eingefüllt werden kann.
- Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche durch eine geeignete hydrophile und/oder hydrophobe Modifizierung der Substratoberfläche geschaffen wurden.
 - 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischeinrichtung dergestalt ist, daß die Komponenten des mindestens einen Lacks in einem einzigen Lösungsmittel oder in verschiedenen miteinander mischbaren Lösungsmitteln gelöst, und/oder daß die Komponenten des mindestens einen Lacks erhitzt und/oder mechanisch behandelt werden.
- 9. Vorrichtung zum rasterartigen Aufbringen mindestens eines Lacks, der aus mehreren Komponenten besteht, auf einer Substratoberfläche, dadurch gekennzeichnet, daß die einzelnen Komponenten des Lacks mittels geeigneter

- 14 -

Pipettiereinrichtungen, vorzugsweise mittels Pipettierrobotern, oder mittels Tröpfchengeneratoren, direkt an einer dafür vorgesehenen Stelle der Substratoberfläche zusammengeführt werden.

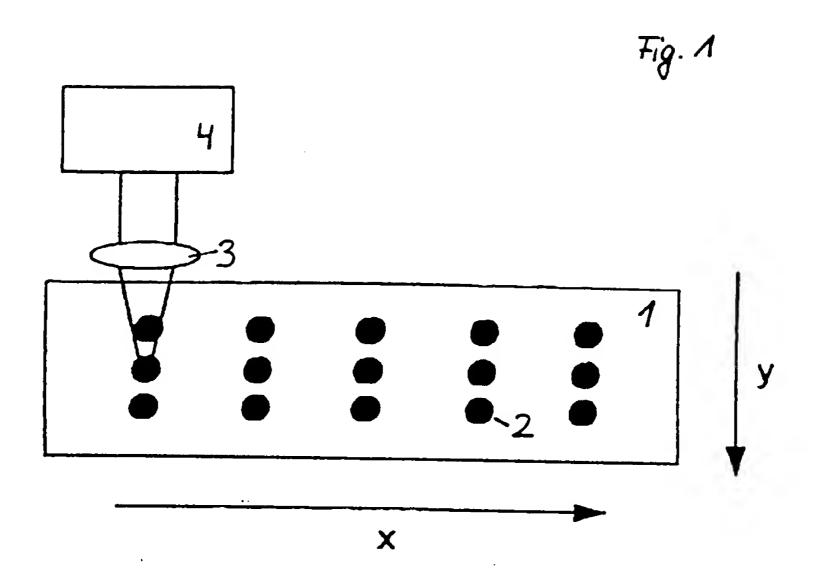
5 10. Vorrichtung zur Optimierung mindestens eines Lacks auf einer Substratoberfläche, welche aufweist:

10

15

- a) mindestens eine Dosiereinrichtung zur Dosierung mindestens einer, vorzugsweise aller Komponenten des mindestens einen Lacks,
- b) mindestens eine Mischeinrichtung zum Vermischen der einzelnen Komponenten des mindestens einen Lacks,
- c) mindestens eine Pipettier- oder Sprüheinrichtung zum sukzessiven Auftragen des mindestens einen Lacks an gegeneinander lokal abgrenzbare, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche,
- d) mindestens eine Einrichtung zur Härtung, vorzugsweise zur simultanen Härtung, insbesondere zur simultanen Strahlungshärtung des mindestens einen Lacks an den gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche,
- e) mindestens eine Einrichtung zur Bestimmung, vorzugsweise zur simultanen Bestimmung des Zustandes des mindestens einen Lacks an den gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche.
- 11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung zur Bestimmung, vorzugsweise zur simultanen Bestimmung des Zustandes des mindestens einen Lacks an den gegeneinander lokal abgrenzbaren, zusammen ein Raster bildenden Stellen auf der Substratoberfläche ein Raman-Spektrometer ist.

1 / 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interi nal Application No PCT/EP 99/05293

CA 01 + 00			
IPC 7	B05D3/00 B05C11/10 B05D1/26	5	
According t	o International Patent Classification (IPC) or to both national classification	ation and IPC	
B. FIELDS	SEARCHED		
Minimum de IPC 7	B05D B05C	on symbols)	
Documenta	tion searched other than minimum documentation to the extent that s	uch documents are included in the fields so	earched
	fata base consulted during the international search (name of data bas	se and, where practical, search terms used)
	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the rele	evant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 290 586 A (MCDONNELL BUSHNEL LORRAINE P ET AL) 1 March 1994 (1994-03-01) the whole document	. L	1,3
X	EP 0 616 843 A (AT & T CORP) 28 September 1994 (1994-09-28) the whole document		1,2
X	WO 81 00683 A (FUSION SYSTEMS COR 19 March 1981 (1981-03-19) the whole document	RP)	1,2
X	EP 0 706 834 A (ALKOR GMBH) 17 April 1996 (1996-04-17) the whole document	··	1,2
		-/	
		•	
X Furt	her documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family members are tisted	In annex,
* Special ca	stegories of cited documents :		
"A" docume consid	ent defining the general state of the art which is not lered to be of particular relevance	"T" later document published after the inte or priority date and not in conflict with cited to understand the principle or the invention	the application but
"L" docume	and which may throw doubts on priority, claimte) or	"X" document of particular relevance; the c cannot be considered novel or cannot	be considered to
citation	n or other special reason (as specified) ent referring to an oral disclosure, use, exhibition or	involve an inventive step when the do "Y" document of particular relevance; the c cannot be considered to involve an in- document is combined with one or mo	laimed invention
P docume	means ent published prior to the international filing date but han the priority date claimed	ments, such combination being obvious in the art. "&" document member of the same patent.	us to a person skilled
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the international sea	
2	2 December 1999	13/01/2000	
Name and r	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer	
	NL 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni,		
	Fax: (+31-70) 340-3016	Brothier, J-A	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interi nal Application No
PCT/EP 99/05293

C.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	PCT/EP 99/05293
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2 663 565 A (OPTIMA SARL) 27 December 1991 (1991-12-27) claim 11	5
Ε	WO 99 47276 A (SEDLMEYR MARTIN; INDUSTRIESERVIS GES FUER INNOV (DE)) 23 September 1999 (1999-09-23) claims	1
A	DE 35 42 767 A (LENHARDT KARL) 11 June 1987 (1987-06-11) the whole document	- 5
A	US 5 462 199 A (LENHARDT KARL) 31 October 1995 (1995-10-31) the whole document	5
A	EP 0 306 200 A (DYMAX CORP) 8 March 1989 (1989-03-08) the whole document	10
	·	
	•	
	•	
0077045	(continuation of second sheet) (July 1992)	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

PCT/EP 99/05293

				TC1/EF 99/05293	
Patent document cited in search report	t	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
US 5290586	Α	01-03-1994	NONE		
EP 0616843	A	28-09-1994	US 5418369 A CA 2115594 A	23-05-1999 13-09-1994	
WO 8100683	 А	19-03-1981	JP 7027900 A US 4313969 A	31-01-1995	
			EP 0036869 A	02-02-1982 07-10-1981	
EP 0706834	A	17-04-1996	DE 4439350 A AT 186240 T DE 59507175 D	18-04-1996 15-11-1996 09-12-1999	
FR 2663565	A	27-12-1991	NONE		
WO 9947276	Α	23-09-1999	NONE		
DE 3542767	Α	11-06-1987	NONE	~	
US 5462199	A	31-10-1995	AT 82165 T DE 3912920 A DE 3913000 A DE 8904972 U DE 8915649 U WO 8910206 A WO 8910207 A EP 0412978 A	15-11-1992 28-12-1989 07-12-1989 11-01-1990 24-01-1991 02-11-1989 02-11-1989 20-02-1991	
EP 0306200	A	08-03-1989	US 4819842 A CA 1284528 A JP 1094971 A JP 2108882 C JP 8002431 B	11-04-1989 28-05-1991 13-04-1989 21-11-1996 17-01-1996	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter: nales Aktenzeichen
PCT/FP 00/05202

T 4 40 4 00		PC1/	EP 99/05293
IPK 7	B05D3/00 B05C11/10 B05D1/2	26	
Nach der II	nternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen K ERCHIERTE GEBIETE	lassifikation und der IPK	
ITK /	erter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssym B050 B05C		
	nte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen,		
Während d	er Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank	Name der Datenbank und evtl. ver	rwendate Suchbegriffe)
			•
	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Anga	be der in Betracht kommenden Teil	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 290 586 A (MCDONNELL BUSHNE LORRAINE P ET AL) 1. März 1994 (1994-03-01) das ganze Dokument	LL	1,3
X	EP 0 616 843 A (AT & T CORP) 28. September 1994 (1994-09-28) das ganze Dokument	1	1,2
X	WO 81 00683 A (FUSION SYSTEMS CO 19. März 1981 (1981-03-19) das ganze Dokument	RP)	1,2
X	EP 0 706 834 A (ALKOR GMBH) 17. April 1996 (1996-04-17) das ganze Dokument		1,2
		-/	·
X Weite	ere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu ehmen	X Siehe Anhang Patentlam	lie
"A" Veröffen	Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : tlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, cht als besonders bedeutsam anzusehen ist	A TO THE POST OF THE PARTY OF T	ach dem internationalen Anmeldedatum iffentlicht worden ist und mit der
"E" älteres 🖸	Ookument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen ledatum veröffentlicht worden ist	winnerdring tricut koliligiett' sot	ndern nur zum Verständnis des der Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden
"L" Veröffeni	tlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweitelhaft er- en zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer n im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden er die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie	"X" Veröffentlichung von besonder kann allein aufgrund dieser Ve erlinderischer Tätigkeit beruhe "Y" Veröffentlichung von besonder:	er Bedeutung; die beanspruchte Erlindung pröffentlichung nicht als neu oder auf and betrachtet werden er Bedeutung; die beanspruchte Erlindung
O" Veröffen eine Be P" Veröffen	itlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, nutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht tlichung, die vor dem internationaten Anmeldedatum, aber nach	werden, wenn die Veröffentlich	hung mit einer oder mehreren anderen egorie in Verbindung gebracht wird und schmann naheliegend ist
Datum des A	bschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internation	
	. Dezember 1999	13/01/2000	
Name und Po	estanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europälsches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Bevollmächtigter Bediensteter	
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nt, Fax: (+31-70) 340-3016	Brothier, J-A	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter males Aktenzeichen
PCT/EP 99/05293

		PCT/EP	99/05293
	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kor	mmenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	FR 2 663 565 A (OPTIMA SARL) 27. Dezember 1991 (1991-12-27) Anspruch 11		5
E	WO 99 47276 A (SEDLMEYR MARTIN ;INDUSTRIESERVIS GES FUER INNOV (DE)) 23. September 1999 (1999-09-23) Ansprüche		1
A	DE 35 42 767 A (LENHARDT KARL) 11. Juni 1987 (1987-06-11) das ganze Dokument		5
A	US 5 462 199 A (LENHARDT KARL) 31. Oktober 1995 (1995-10-31) das ganze Dokument		5
A	EP 0 306 200 A (DYMAX CORP) 8. März 1989 (1989-03-08) das ganze Dokument		10
	~~~~		
	•		
	•		
	••		
	•		
İ			
	·		
:			
	•		

#### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

PCT/EP 99/05293

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der		Datum der	
		veronendicaturig	Patentfamilie		Veröffentlichung	
US	5290586	Α	01-03-1994	KEINE		
EP	0616843	Α	28-09-1994	US	5418369 A	23-05-1995
				CA	2115594 A	13-09-1994
	· -~	·		JP 	7027900 A	31-01-1995
WO	8100683	Α	19-03-1981	US	4313969 A	02-02-1982
		· =		EP	0036869 A	07-10-1981
EP	0706834	Α	17-04-1996	DE	4439350 A	18-04-1996
				AT	186240 T	15-11-1996
				DE	59507175 D	09-12-1999
FR	2663565	Α	27-12-1991	KEINE		
MO	9947276	Α	23-09-1999	KEINE		
DE	3542767	Α	11-06-1987	KEINE		*
US	5462199	Α	31-10-1995	AT	82165 T	 15-11-1992
				DE	3912920 A	28-12-1989
				DE	3913000 A	07-12-1989
				DE	8904972 U	11-01-1990
				DE	8915649 U	24-01-1991
				WO	8910206 A	02-11-1989
				WO	8910207 A	02-11-1989
				EP	0412978 A	20-02-1991
EP	0306200	Α	08-03-1989	US	4819842 A	11-04-1989
				CA	1284528 A	28-05-1991
				JP	1094971 A	13-04-1989
				JP	2108882 C	21-11-1996
				JP	8002431 B	17-01-1996